

Néhány módosítás a növényi anyagok nedves roncsolásában

THAMM FRIGYESNÉ

MTA Talajtani és Agrokémiai Kutató Intézete, Budapest

A növényi anyagok nedves úton történő elroncsolásának számos változata ismeretes [1, 2, 4, 5, 6, 8]. Ezek közül a N, P és K egy törzsoldatból történő meghatározására laboratóriumunkban már hosszabb idő óta a $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$ -os roncsolást használjuk [6].

Mivel a hazai P-K-mentes H_2O_2 gyártása megszűnt, s a kapható p.a. minőségű H_2O_2 ára az előbb említettnek kb. hatszorosa, szükségesnek láttuk eddigi roncsolási eljárásunkat felülvizsgálni. Vizsgálataink célja a felhasznált H_2O_2 mennyiségének a lehetőség határain belül való csökkentése, illetve esetleges elhagyása volt.

Anyag és módszer

A vizsgálathoz 12 növényből álló — az általunk általában vizsgált növényeket magában foglaló — mintasorozatot állítottunk össze, éspedig: 1. búzaszem, 2. búza kalászosláskor, 3. búzapelyva, 4. búzaszalma, 5. kukoricaszem, 6. kukorica címerhányáskor, 7. kukoricaszár, 8. kukoricacsutka, 9. lucerna, 10. burgonyagumó, 11. szudánifű, 12. borsószem.

A fent felsorolt minták roncsolását négyféle eljárással végeztük el. Az *A* és *B* módszer esetében a bemért mintákat 10–10 ml cc. H_2SO_4 -gyel egy éjszakán át állni hagytuk. Másnap a mintákat először csak kénsavval forraltuk fel, majd kb. 15 perces lehűlés bevétele után kezdtük el a H_2O_2 adagolását. Az *A* módszer esetében a peroxidot 2,5 ml-enként, a *B* módszernél cseppenként (kb. 0,3 ml-enként) adtuk. Minden egyes peroxid adagolás után a fehér kénsavgőzök megjelenéséig végeztük a forralást és ezután kb. 15 percig hűlni hagytuk az oldatokat. Az *C* módszer esetében a bemért mintákhoz a 10 ml-nyi cc. H_2SO_4 hozzáadása után, némi lehűlést bevétele (kb. 15 perc elteltével) 2,5 ml H_2O_2 -t adtunk és így hagytuk egy éjszakán át állni. Másnap először a kénsavgőzök megjelenéséig melegítettük a mintákat, majd rövid lehűlés után cseppenként kezdtük a H_2O_2 -t adagolni. Az *D* módszernél a bemért mintákhoz 10–10 ml Se-t tartalmazó kénsavat adtunk, mely 100 ml cc. H_2SO_4 -ben 0,5 g fekete szelénport tartalmazott [5]. A mintákat a Se-es kénsavval is egy éjszakán át hagytuk állni és a következő napon mikrolángon az oldat kistisztulásáig végeztük a roncsolást.

Az elroncsolt anyagból a P-t vanadát-molibdátos módszerrel, a K-t pedig ugyanezekből az oldatokból lángfotométerrel határoztuk meg [7]. A N-t

a H_2O_2 -vel roncsolt mintákból elektrometriás (dead-stop végpontjelzéses) titrálással [3], a Se-es kénsavval roncsolt mintákból pedig vízgőzdesztillálás segítségével határoztuk meg.

1. ábra

A roncsoláshoz felhasznált H_2O_2 mennyisége és a roncsoláshoz szükséges idő

(1) Módszer	(2) Bemérés g	(3) Felhasznált H_2O_2 ml/minta		(4) Idő perc/minta	
		minimum	maximum	minimum	maximum
A	1,0	15	30	72	174
	0,5	5	12,5	72	144
	0,25	5		72	
B	1,0	3,0	4,8	270	420
	0,5	1,5	3,9	144	348
	0,25	1,2	2,1	120	198
C	0,5	3,0		120	

2. táblázat

A vizsgált minták nitrogéntartalma %-ban

(1) Minta száma	(2) Módszerek				(3) Átlag	SzD ₅ %
	A	B	C	D		
8	0,29	0,29	0,28	0,26	0,28	0,04
4	0,30	0,30	0,31	0,30	0,30	
7	0,76	0,78	0,75	0,75	0,76	
3	0,86	0,90	0,84	0,85	0,86	
a) Átlag	0,55	0,57	0,55	0,54	0,55	0,02
s	0,010	0,024	0,012	0,020	0,023	
2	1,05	1,04	1,02	1,06	1,04	
5	1,22	1,24	1,27	1,22	1,24	
11	1,30	1,27	1,26	1,26	1,27	0,04
6	1,36	1,35	1,36	1,33	1,35	
10	1,57	1,56	1,53	1,54	1,55	
a) Átlag	1,30	1,29	1,29	1,28	1,29	
s	0,017	0,019	0,013	0,032	0,021	0,02
1	2,11	2,12	2,11	2,20	2,14	
9	2,70	2,66	2,69	2,67	2,68	
12	3,48	3,46	3,44	3,45	3,46	
a) Átlag	2,76	2,75	2,75	2,77	2,76	0,02
s	0,024	0,020	0,017	0,027	0,024	
a) Átlag ₀	1,42	1,41	1,41	1,41		0,02
b) s ₀	0,017	0,020	0,015	0,022		
c) CV ₀	1,2	1,4	1,1	1,5		

A vizsgálatok eredményei

Az 1. táblázatban a roncsoláshoz felhasznált H_2O_2 mennyiségét és a roncsoláshoz szükséges időt foglaltuk össze. A roncsoláshoz szükséges peroxid mennyisége és a ráfordított idő természetesen függött a bemért minta nagyságától és annak csökkenésével mindkét tényező csökkent. Ugyanakkor az egy-egy adagban adott peroxid mennyisége és a roncsoláshoz szükséges idő egymással fordított arányban állt, vagyis a cseppenként adott peroxid-adagok (*B* módszer) a roncsoláshoz szükséges időt erősen megnövelték. Mind a peroxid mennyiségének jelentős csökkenését, mind pedig a roncsolási idő megfelelő szinten tartását a *C* módszer bevezetésével érték el.

A minták N -, P_2O_5 - és K_2O -tartalmát, illetve az elemzés adatait és az ezekre vonatkozó statisztikai számítás jellemzőit a 2., 3. és 4. táblázatban foglaltuk össze. A táblázatokban közölt adatok két párhuzamos bemérés és ezekből két párhuzamos meghatározás azaz négy adat átlagértékei. A táblázatokból látható, hogy a különböző roncsolási eljárásokkal kapott eredmények jól egyeztek. A néhány esetben kimutatott szignifikáns különbségek sem voltak gyakorlatilag lényegesek. Ugyancsak nem találtunk számottevő eltéréseket az egyes módszerek hibaszórásai (*s*), illetve CV-értékei között sem. Nem bizonyult tehát pontosabbnak a Se-es kénsavval végzett roncsolás (*D* módszer) sem, s mivel a peroxidosnál hosszabb roncsolási időt igényelt és az oldatokból

3. táblázat

A vizsgált minták P_2O_5 -tartalma %-ban

(1) Minta száma	(2) Módszerek				(3) Átlag	SzD _{5%}
	A	B	C	D		
8	0,08	0,08	0,06	0,06	0,07	0,02
4	0,12	0,10	0,11	0,10	0,11	
7	0,20	0,18	0,18	0,18	0,18	
3	0,24	0,25	0,23	0,23	0,24	
a) Átlag	0,16	0,15	0,14	0,14	0,15	0,01
s	0,018	0,012	0,009	0,006	0,012	
2	0,36	0,36	0,35	0,35	0,36	0,03
11	0,46	0,45	0,44	0,44	0,45	
10	0,61	0,63	0,62	0,62	0,62	
9	0,66	0,62	0,64	0,64	0,64	
6	0,66	0,65	0,64	0,65	0,65	
5	0,66	0,69	0,69	0,66	0,68	0,01
a) Átlag	0,57	0,56	0,56	0,56	0,56	
s	0,024	0,024	0,014	0,021	0,022	
1	0,80	0,80	0,77	0,78	0,79	0,03
12	0,84	0,86	0,84	0,82	0,84	
a) Átlag	0,82	0,83	0,81	0,80	0,81	0,03
s	0,024	0,036	0,026	0,009	0,023	
a) Átlag ₆	0,48	0,47	0,46	0,46		0,01
b) s ₆	0,022	0,022	0,016	0,017		
c) CV ₆	4,6	4,7	3,5	3,7		

4. táblázat

A vizsgált minták K_2O -tartalma %-ban

(1) Minta száma	(2) Módszerek				(3) Átlag	SzD _{5%}
	A	B	C	D		
1	0,39	0,39	0,42	0,41	0,40	
5	0,48	0,52	0,56	0,47	0,50	
8	0,65	0,65	0,64	0,64	0,64	0,04
4	0,80	0,76	0,80	0,76	0,78	
3	0,88	0,89	0,88	0,87	0,88	
a) Átlag	0,64	0,64	0,66	0,63	0,64	0,03
s	0,029	0,040	0,034	0,022	0,029	
2	1,03	1,01	1,02	1,05	1,03	
12	1,36	1,38	1,36	1,34	1,36	
6	1,64	1,63	1,64	1,63	1,64	0,06
7	1,73	1,69	1,70	1,68	1,70	
11	1,86	1,82	1,86	1,80	1,83	
a) Átlag	1,52	1,50	1,52	1,50	1,51	0,03
s	0,040	0,040	0,048	0,038	0,042	
9	2,30	2,28	2,29	2,29	2,29	0,06
10	2,54	2,52	2,52	2,49	2,52	
a) Átlag	2,42	2,40	2,41	2,39	2,40	0,06
s	0,036	0,062	0,053	0,044	0,047	
a) Átlag ₀	1,31	1,30	1,31	1,29		0,02
b) s ₀	0,035	0,038	0,044	0,033		
c) CV ₀	2,7	2,9	3,4	2,6		

a N-t a jelenlevő Se miatt csak vízgőzdesztillálással lehet meghatározni, alkalmazását viszonyaink között nem tartjuk előnyösnek.

Az analitikai elemzés és a statisztikai kiértékelés eredményeit, a peroxid felhasználást, valamint a roncsoláshoz szükséges időt figyelembe véve, a laboratóriumi munkánkba a C módszer bevezetését tartottuk megfelelőnek.

A fentiek alapján tehát a következő munkamenetet javasoljuk: A megfelelően előkészített (ledarált) növénymintából cg-os gyorsmérlegen 0,5 g-t mérünk be 100 ml-es, 110 ml-nél körjellel ellátott Kjeldahl-lombikokba. A mintákat kevés vízzel beöblítjük. 10–10 ml cc. H_2SO_4 -t adunk a mintákhoz (jól bevált a tejvizsgálatoknál használatos 10 ml-es adagoló), majd a sorozat végére érve (kb. 15 perc múlva) 2,5–2,5 ml p.a. H_2O_2 -t öntünk rájuk (célszerűen buktató adagolóval). Egy éjszakán át állni hagyjuk a mintákat és másnap először peroxid hozzáadása nélkül, a fehér kénsavgőzök megjelenéséig forraljuk a roncsolandó anyagot. Ezután kb. 15 perc hűlés bevétele után cseppentős üvegből cseppenként (kb. 5–6 cseppet) adjuk a H_2O_2 -t. Újabb felforralás és lehűlés után újabb peroxid mennyiséget adunk, egészen az oldat kitisztulásáig. A roncsolás végén a peroxid kiforralását gondosan kell elvégezni, mert a mintában maradt peroxid mind a P-, mind pedig a N-meghatá-

rozást zavarja. A mintákat lehűlés után deszt. vízzel 110 ml-re töltjük, ha szükséges szűrjük és az így kapott törzsoldatból a N-, P- és K-meghatározást a már megadott módszerek szerint végezzük el.

Összefoglalás

A nedves roncsolásnál használt H_2O_2 mennyiségének csökkentése céljából felülvizsgáltuk a laboratóriumunkban használatos roncsolási eljárást és a peroxid esetleges elhagyása céljából Se-es H_2SO_4 -es roncsolással összehasonlító vizsgálatot végeztünk. Mind a H_2O_2 fogyás, mind pedig a roncsoláshoz szükséges idő szempontjából azt a peroxidos roncsolást tartjuk legelőnyösebbnek, melynél egy kezdeti nagyobb (2,5 ml) H_2O_2 -adag után a peroxidot a roncsolás befejezéséig cseppenként adagoltuk. Ez a módszer (C módszer) a statisztikai számítások szerint is egyenértékűnek bizonyult az általunk régebben használt, nagy (2,5–5 ml) peroxid-adagokat alkalmazó módszerrel (A módszer).

Irodalom

- [1] CAP, M. L. & LEONCSIK, O. A.: Opredelenije ammonijnogo azota v agrohimiceszkij ob'ektah metodom biamperometričeskogo titrovanija bez otgonki ammiaka po K'el'dalju. *Agrohimija*. (11). 114–129. 1968.
- [2] EBERHARDT, W.: Beitrag zum Problem der Substanzzerstörung auf nassem Wege. *Landw. Forsch.* **13**. 293–295. 1960.
- [3] FÜLEKY, GY.: A dead-stop végpontjelzéses nátriumhipobromitos titrálás alkalmazása növényi anyagok és műtrágyák nitrogéntartalmának meghatározására. *Agrokémia és Talajtan*. **19**. 339–346. 1970.
- [4] GINZBURG, K. E. & SCSEGLÓVA, T. M.: Opredelenije azota, foszfora i kalija v rasztitel'nam materiale iz odnoj naveszki. *Pocsvovedenie*. (5). 100–105. 1960.
- [5] O'NEILL, J. V. & WEBB, R. A.: Simultaneous determination of N, P, K, in plant material by automatic methods *J. Sci. Food and Agricult.* **21**. 217–219. 1970.
- [6] SARKADI, J. et al.: Szervetrágyák „összes”-nitrogén, foszfor és kálium tartalmának gyors meghatározási módszerei. *Agrokémia és Talajtan*. **4**. 71–80. 1955.
- [7] THAMM, F.-NÉ, KRÁMER, M. & SARKADI, J.: Növények és trágyaanyagok P-tartalmának meghatározása ammónium-molibdo-vanádátos módszerrel. *Agrokémia és Talajtan*. **17**. 145–153. 1968.
- [8] TIKHOMIROVA, V. YA.: Determination of nitrogen, phosphorus and potassium in a single sample of plant material. (in Russ.) *Agrohimija*. (3). 130–132. 1970.

Érkezett: 1973. március 7.

Some Alterations in the Wet Digestion of Plant Material

B. THAMM

Research Institute for Soil Science and Agricultural Chemistry of the Hungarian Academy of Sciences, Budapest, Hungary

Summary

In order to diminish the amount of H_2O_2 applied for wet digestion, we have reconsidered the digestion process used in our laboratory, and we have carried out a comparative study by means of digestion with Se- H_2SO_4 , for eventually omitting peroxide. Both with a view to the time needed for digestion and to H_2O_2 -quantity used during the digestion — it has appeared the most advantageous method of peroxide digestion, when, after a larger dosage (2,5 ml) of peroxide, H_2O_2 is applied drop by drop.

This technique (Method C) has proved equivalent with the method we formerly used, and which consisted of applying larger (5–2,5 ml) dosage of peroxide (Method A.).

Table 1. The amount of H_2O_2 and the time needed for the digestion. (1) Method. (2) Weight of samples, g. (3) Applied H_2O_2 ml/sample, minimum and maximum. (4) Time, min/sample; minimum and maximum.

Table 2. Nitrogen content of the samples. (1) No. of the sample a) Average_{total}. b) S_{total} . c) CV_{total} . (2) Methods (3) Average.

Table 3. P_2O_5 -content of the samples. For marks, see Table 2.

Table 4. K_2O -content of the samples. For marks, see Table 2.

Beiträge zum Problem der nassen Veraschung von Pflanzenproben

B. THAMM

Forschungsinstitut für Bodenkunde und Agrikulturchemie der Ungarischen Akademie der Wissenschaften, Budapest

Zusammenfassung

Zwecks Verringerung der bei der nassen Veraschung verwendeten H_2O_2 -Menge haben wir das in unserem Laboratorium übliche Verfahren überprüft und gleichzeitig mit H_2SO_4 und Se eine vergleichende Untersuchung durchgeführt. Den H_2O_2 -Verbrauch und die Veraschungsdauer betrachtet erwies sich dasjenige Verfahren als vorteilhaftes, bei welchem am Anfang eine 2,5 ml H_2O_2 -Dosis zugefügt wurde, dann aber bis zum Ende der Veraschung das H_2O_2 nur tropfenweise (ungefähr 0,3 ml auf einmal) gegeben wurde. Dieses Verfahren (C-Methode) erwies sich auch auf Grund der statistischen Berechnungen als gleichwertig mit dem in unserem Laboratorium bisher üblichem Verfahren (A-Methode), bei welchem das H_2O_2 in grossen (2,5—5,0 ml) Dosen angewendet wurde.

Tab. 1. Menge des zur Veraschung verwendeten H_2O_2 und die Veraschungsdauer. (1) Methode. (2) Einwaage, g. (3) Verbrauches H_2O_2 , ml/Probe; Minimum und Maximum. (4) Veraschungsdauer, Minute/Probe; Minimum, Maximum.

Tab. 2. Stickstoffgehalt der untersuchten Pflanzenproben. (1) Nummer der Proben. a) Mittelwert aller Proben. b) Streuung, gesamte. c) CV-Gesamtwert. (2) Methoden. (3) Mittelwert.

Tab. 3. Phosphorgehalt (P_2O_5) der untersuchten Pflanzenproben. Bezeichnungen s. in Tab. 2.

Tab. 4. Kaliumgehalt (K_2O) der untersuchten Pflanzenproben. Bezeichnungen s. in Tab. 2.

Некоторые усовершенствования в методе мокрого озоления растительного материала

Б. ТАММ

Резюме

Для снижения количества H_2O_2 используемого для мокрого озоления, пересмотрели методы мокрого озоления, применяемые в лабораториях, и в целях возможного исключения пероксида, сравнивали их с методом озоления концентрированной серной кислотой. Как по количеству используемого пероксида, так и по времени проведения озоления мы считаем самым приемлемым тот метод мокрого озоления, по которому после прибавления большого количества H_2O_2 (2,5 мл) пероксид до конца озоления прибавляется по каплям. По статистическим расчетам этот метод (метод С) показал себя равнозначным методу (метод А) с применением высоких доз пероксида (2,5—5 мл).

Табл. 1. Количество H_2O_2 используемого для мокрого озоления и время озоления. (1) Метод. (2) Навеска, г. (3) Используемый пероксид в мл/образец; минимум и максимум. (4) Время, мин/образец; минимум и максимум.

Табл. 2. Содержание азота в исследуемом образце. (1) Номер образца.

а) Среднее. б) $S_{всего}$. в) $CV_{всего}$. (2) Методы. (3) Среднее.

Табл. 3. Содержание P_2O_5 в исследуемых образцах. Обозначения смотри в таблице № 2.

Табл. 4. Содержание K_2O в исследуемых образцах. Обозначения смотри в таблице № 2.